

# Prüfung von Ionenaustauschern

## Probenahme

**DIN**  
**54401**

ICS 71.100.40

Ersatz für DIN 54401:1981-02

Testing of ion exchangers (bead form) – Sampling  
Essai des échangeurs d'ions (forme billes) – Echantillonnage

### Vorwort

Diese Norm ist vom Arbeitsausschuss 895 „Prüfung von Ionenaustauschern“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet worden.

### Änderungen

Gegenüber der DIN 54401:1981-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Probenahme aus Mehrkammersystemen aufgenommen.
- Probenahme mit Handschaufel gestrichen.
- Neuen Probenehmer aufgenommen (Bild 4).
- Zusätzliche Art der Probenahme aufgenommen (Probenahme D).
- Zeichnung mit Probenahme-Öffnung am Filter geändert (Bild 5).
- Redaktionelle Anpassungen vorgenommen.

### Frühere Ausgaben

DIN 54401: 1974-02, 1981-02

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für vier unterschiedliche Arten der Probenahme von festen Ionenaustauschern, im folgenden Text kurz Austauscher genannt. Die Benennung Austauscher wird in dieser Norm nur für das Harzbett verwendet. Bisweilen wird der Begriff an anderer Stelle missverständlich auch für den gesamten Ionenaustauschfilter verwendet.

Diese vier Arten der Probenahme sind:

- Probenahme A: Probenahme im Herstellerbetrieb (siehe 4.1)
- Probenahme B: Probenahme aus Lieferungen (siehe 4.2)
- Probenahme C: Probenahme aus Ionenaustauschfiltern (siehe 4.3)
- Probenahme D: Probenahme aus Ionenaustauschfiltern unter eingeschränkten Bedingungen (siehe 4.4)

## 2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung

eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation. DIN 54400, *Ionenaustausch – Begriffe*.

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Begriffe nach DIN 54400 sowie folgende:

### 3.1 Charge

Menge eines Austauschers, die vom Hersteller als solche ausgewiesen wird

### 3.2 Lieferung

Diejenige Menge des Austauschers, die zur gleichen Zeit an den gleichen Auftraggeber geliefert wird  
ANMERKUNG Eine Lieferung kann aus einer Charge oder mehreren Chargen bestehen oder Teil einer Charge sein.

### 3.3 Gebinde

Jede Verpackungsart, in der Austauscher versandt werden  
ANMERKUNG Verpackungsarten sind üblicherweise Säcke, Großsäcke, Trommeln, Fässer oder Container aus wasserdichten Werkstoffen.

Fortsetzung Seite 2 bis 8

### 3.4 Einzelprobe

Probe, die durch einmalige Entnahme aus dem zu prüfenden Gut (Prüfgut) erhalten wird

### 3.5 Sammelprobe; Mischprobe

Probe, die durch Vereinigen von Einzelproben des gleichen Prüfguts entsteht

### 3.6 Endprobe; Laboratoriumsprobe

Eine Probe für die Prüfung im Laboratorium. Sie kann eine Einzelprobe, eine Sammelprobe oder ein Teil davon sein

### 3.7 Standprobe; Rückstellmuster

Eine Sammelprobe, die zu Kontrollzwecken aufbewahrt wird

## 4 Probenahme

### 4.1 Probenahme A

Probenahme im Herstellerbetrieb dient dem Zweck, aus einer Charge beim Hersteller eine repräsentative Durchschnittsprobe für die Untersuchung zu entnehmen. Entsprechend dem technologischen Ablauf werden mehrere Einzelproben entnommen, die zu einer Durchschnittsprobe vereinigt werden. Dabei sollten geeignete Probenahmegeräte nach Abschnitt 5 angewendet werden. Die Probenahme ist zu dokumentieren.

Die Untersuchung kann sich auf alle Qualitätsmerkmale erstrecken, die in Verbindung mit dem Herstellungsablauf und mit der späteren Verwendung des Austauschers von Bedeutung sind.

### 4.2 Probenahme B

Probenahme aus Lieferungen dient dem Zweck, aus einer Lieferung eine repräsentative Durchschnittsprobe für die Untersuchung zu entnehmen. Bei mehreren Gebinden sind Einzelproben von mindestens 200 ml zu entnehmen, die zu einer Durchschnittsprobe vereinigt werden. Die Anzahl der Einzelproben ergibt sich aus Tabelle 1.

Es sind Probenahmegeräte nach Abschnitt 5 zu verwenden. Bei der Probenahme aus Gebinden wird eine etwa 10 cm dicke Austauscherschicht entfernt und das Probenahmegerät so weit in die Füllung eingestoßen, dass die unteren 10 cm nicht erfasst werden.

Bei der Probenahme aus Tankwagen und Containern werden während der Entleerung in regelmäßigen Zeitabständen mindestens 10 Einzelproben von je etwa 200 ml entnommen. Sie werden nach 6.1 zu einer Sammelprobe vereinigt, nachdem gegebenenfalls das Spülwasser durch Abgießen von den Einzelproben entfernt wurde.

Die Untersuchung gilt dem Nachweis, dass der Austauscher bestimmte Qualitätsanforderungen erfüllt und für den vorgesehenen Verwendungszweck geeignet ist.

### 4.3 Probenahme C

Probenahme aus Ionenaustauschfiltern dient dem Zweck, aus einem Ionenaustauschfilter beim Benutzer eine repräsentative Probe für die Untersuchung zu entnehmen. Ziel der Untersuchung ist es, die Qualitätsmerkmale des Austauschers nach einer gewissen Einsatzdauer festzustellen, die noch vorhandene Gebrauchsfähigkeit zu prüfen und Rückschlüsse auf das Verhalten des Austauschers während der Benutzung zu gewinnen.

Die Probenahme ist nur dann durchführbar, wenn der Ionenaustauschfilter eine geeignete Öffnung zum Einbringen des Probenahmegerätes aufweist (siehe Bild 5).

Tabelle 1 – Anzahl von Einzelproben

Anzahl der Gebinde einer Lieferung	Mindestanzahl an Einzelproben
1	1
2 bis 5	2
6 bis 12	3
13 bis 25	4
26 bis 50	5
51 bis 80	6
81 bis 130	7
über 130	8

Je nach dem Ziel der Untersuchung wird die Probe von dem nach dem Betrieb belassenen oder gespülten Austauscher genommen.

Entsprechend wird die Probe bei Mischbetaustauschern von durchmischten bzw. entmischten Austauschern entnommen.

Bei Schichtbetaustauschern darf vor/während der Probenahme die Schichtung nicht verändert werden. Vor der Probenahme wird Wasser so weit abgelassen, dass die Austauscheroberfläche gerade noch bedeckt ist.

Danach wird das Probenahmegerät bis zum Boden eingeschoben (siehe Bild 5). Wenn für besondere Untersuchungen Proben aus verschiedenen Schichthöhen entnommen werden sollen, ist das Probenahmegerät nur bis zu der erwünschten Tiefe einzuschieben.

### 4.4 Probenahme D

Probenahme aus Ionenaustauschfiltern unter eingeschränkten Bedingungen dient dem Zweck, aus einem Ionenaustauschfilter bei Benutzern eine Probe für die Untersuchung zu entnehmen.

Die Probenahme erfolgt entsprechend den örtlichen Gegebenheiten, wenn eine Probenahme C nicht möglich ist. Somit wird keine echte Durchschnittsprobe genommen. Deshalb sind aus einer derartigen Probe genommene Untersuchungsergebnisse nicht mit Messergebnissen nach Probenahmen A, B und C vergleichbar.

## 5 Probenahmegeräte

### 5.1 Allgemeines

Probenahmegeräte<sup>1)</sup> sind Vorrichtungen aus korrosionsbeständigem Werkstoff, z. B. Stechheber mit Bodenklappe nach Bild 1, Klappstechheber nach Bild 2, Probenahmerohr nach Bild 3 oder Probensammler nach Bild 4, mit denen aus dem zu prüfenden Austauscher eine in ihrer Lage innerhalb der Schüttung definierte Menge entnommen werden kann.

Die Wahl des Probenahmegerätes ist nach den jeweiligen Gegebenheiten bei der Probenahme zu treffen. Probenahmegeräte müssen eine glatte Oberfläche besitzen. Ihre Größe ist nach der zu entnehmenden Probemenge zu wählen. Zum Gebrauch müssen Probenahmegeräte sauber und trocken sein.

### 5.2 Stechheber mit Bodenklappe

Der Stechheber mit Bodenklappe nach Bild 1 setzt sich aus folgenden Einzelteilen zusammen:

1) Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN, Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin, Hausanschrift: 10787 Berlin, Burggrafenstraße 6.

- a) Verlängerungsgestänge, bestehend aus zwei Stangen (2) und (3) mit einem Durchmesser von je etwa 12 mm und einer Länge von je 1000 mm, die über entsprechende Gewinde miteinander und mit dem Kopfstück (4) der Probenahmehülse verschraubt werden können. Zur besseren Handhabung ist die obere Stange (2) mit einem kreuzförmigen Griff (1) versehen.
- b) Das Kopfstück (4) enthält vier Entlüftungsbohrungen (5) und stellt durch Verschraubungen die Verbindung zwischen Gestänge und Probenahmehülse her.
- c) Die Probenahmehülse besteht aus zwei Teilen (6) und (7) von je 1000 mm Länge und etwa 40 mm Innendurchmesser, die miteinander verschraubt sind.
- d) Das Bodenstück (8) ist mit der Probenahmehülse ebenfalls verschraubbar und enthält als Verschlussmechanismus zwei halbkreisförmige, um eine Achse (11) nach oben bewegliche Verschlussklappen (9) und (10), deren Bewegung durch den Anschlag (12) begrenzt ist.

Das Gerät sollte so gebaut sein, dass es je nach Bedarf über eine Länge bzw. Höhe von 1 m bis 4 m eingesetzt werden kann, wobei als maximale Höhe der Austauschersäule 2 m zugrunde gelegt sind.

Das Volumen der gezogenen Probe beträgt etwa 1000 ml bis 2000 ml.

### 5.3 Klappstechheber

Der Klappstechheber nach Bild 2 besteht aus zwei Rohrhalbschalen (1), die zugeklappt einen Innendurchmesser von etwa 25 mm ergeben, Wanddicke etwa 2 mm, mit zwei Handgriffen (2), die an einer Seite durch drei Scharniere (3) miteinander verbunden und am unteren Ende stark verjüngt sind. Hierdurch wird eine Verwendung in geöffneter und geschlossener Stellung ermöglicht.

Das Volumen der gezogenen Probe beträgt etwa 500 ml.

### 5.4 Probenahmerohr

Das Probenahmerohr nach Bild 3 ist ein an beiden Enden offenes Metall- oder Kunststoffrohr (1) von etwa 40 mm Innendurchmesser und etwa 2 mm Wanddicke. Zur besseren Handhabung besitzt es am oberen Ende einen Handgriff (2). Als Zubehör muss ein Stopfen (3) vorhanden sein, mit dem sich das obere Ende luftdicht verschließen lässt. Die Länge des Probenahmerohres ist dem Verwendungszweck anzupassen, wobei sichergestellt sein muss, dass bei jeder Entnahme mindestens 200 ml Prüfgut anfallen.

Das Volumen der gezogenen Probe beträgt etwa 500 ml bis 1000 ml.

### 5.5 Probensammler

Die Probensammler nach Bild 4 sind Metallstangen mit Griff und Längen  $h$  von 550 mm bzw. 850 mm. Die jeweils drei eingefrästen Kammern haben ein Volumen von 14 ml bzw. 17 ml. Ein Probensammler mit Länge  $h$  von 1500 mm hat fünf eingefräste Kammern mit je 17 ml Volumen. Über die Stangen ist ein Rohr geschoben mit Öffnungen entsprechend den Kammern. Bei der Probenahme wird zunächst das Rohr so gedreht, dass die Kammern verdeckt sind. In diesem Zustand wird der Probensammler in die Austauscherschüttung eingeschoben. Durch Drehen des Rohres werden die Kammern geöffnet, der Probensammler durch kurze Drehbewegungen mit Probenmaterial gefüllt. Durch erneute Drehung werden die Kammern geschlossen und der Probensammler herausgezogen. Die Länge des Probensammlers wird nach der Tiefe der Austauscherschüttung und dem Bereich der Probenahme gewählt. Durch teilweises Zurückschieben des Rohres kann man die Kammern einzeln entleeren und die Probenanteile getrennt oder gemeinsam auffangen.

Die Volumina der gezogenen Proben betragen insgesamt etwa 40 ml bis etwa 50 ml (bei drei Kammern) bzw. etwa 70 ml (bei fünf Kammern).

Da die Probenmenge sehr gering ist, müsste entweder durch wiederholtes Probenehmen ihre Menge erhöht werden oder es werden nur bestimmte Prüfungen durchgeführt, für die die kleine Menge ausreichend ist. Der Vorteil dieser Probenahme besteht in der Möglichkeit, gezielt Proben aus verschiedenen Tiefen zu entnehmen.

Es stehen auch Probensammler mit 850 mm bzw. 1500 mm zur Verfügung, bei denen über drei bzw. fünf Öffnungen das ganze Rohr (ohne einzelne Kammern) befüllt wird und somit eine Probenahme von etwa 850 ml bzw. 1500 ml möglich wird.

## 6 Durchführung

### 6.1 Allgemeines

Über die Auswahl der Probenahmeverfahren und der Probenahmegeräte ist von Fall zu Fall zu entscheiden. Für Schiedsanalysen sind zwischen den beteiligten Parteien Vereinbarungen über die Art der Probenahme, das zu verwendende Probenahmegerät und die Person des Probenehmers zu treffen. In Anbetracht der Bedeutung, die der Probenahme für das Prüfergebnis zukommt, sollte diese nach Möglichkeit von einer in der Probenahme von Austauschern erfahrenen Person durchgeführt werden.

Jedes Austauschergebinde und jeder Ionenaustauschfilter sollte die Möglichkeit bieten, eine Probenahme mit Probenahmegeräten nach Abschnitt 5 durchzuführen.

Bei Gleichstromionenaustauschfiltern kann das Probenahmegerät durch das geöffnete obere oder seitliche Mannloch eingeführt werden. Aufstrom- oder Schwebebettionenaustauschfilter mit einer oder mehreren Kammern sollten mit Handlöchern am oberen Teil einer jeden Kammer nach Bild 5 versehen sein, damit das Probenahmegerät diagonal in das Austauscherbett eingeführt werden kann.

Die Gesamtprobenmenge ergibt sich aus dem Bedarf für die beabsichtigten Untersuchungen, wobei die Anzahl der Untersuchungsstellen und der Bedarf an Rückstellproben zu berücksichtigen sind.

Einzelproben werden gegebenenfalls durch Mischen zu einer Sammelprobe vereinigt. Sofern eine Verringerung der Probenmenge erforderlich ist, wird die Sammelprobe kegelförmig aufgeschüttet und symmetrisch gevierteilt. Zwei gegenüberliegende Viertel werden verworfen und die übrigen wieder zu einem Kegel aufgeschüttet und gemischt. Dieses Teilen wird so oft wiederholt, bis ein Restkegel der gewünschten Probenmenge als Endprobe entstanden ist. Diese wird in Behältnisse nach 7.1 abgefüllt.

### 6.2 Probenahme mit dem Stechheber mit Bodenklappe

Bei Verwendung des Stechhebers mit Bodenklappe nach Bild 1 öffnen sich beim Einführen des Gerätes in den Austauscher die Verschlussklappen (9) und (10) bis zum Anschlag (12). Der Austauscher kann in die Probenahmehülse eindringen. Wird das Gerät aus dem Austauscher herausgezogen, so schließen sich die Klappen von selbst. Es wird entleert, indem die Probenahmehülse auseinandergeschraubt wird.

### 6.3 Probenahme mit dem Klappstechheber

Der Klappstechheber nach Bild 2 wird in geöffneter Stellung in den Austauscher eingeführt. Danach klappt man ihn zu und zieht den geschlossenen Stechheber heraus.

Zum Entleeren kann nach dem Aufklappen die gesamte Probenmenge in das Aufbewahrungsgefäß überführt werden oder Teilproben entsprechend der Eintauchtiefe entnommen werden.